

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

#4  
shw

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2001年 2月 1日

出願番号

Application Number:

特願2001-025163

[ST.10/C]:

[JP2001-025163]

出願人

Applicant(s):

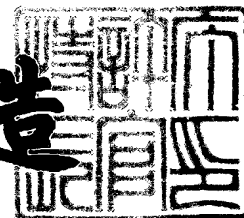
信越石英株式会社

COPY OF PAPERS  
ORIGINALLY FILED

2002年 1月18日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3116242

【書類名】 特許願  
 【整理番号】 PH0171  
 【あて先】 特許庁長官 殿  
 【国際特許分類】 C03B 37/012  
 G02B 6/00

【発明者】  
 【住所又は居所】 福島県郡山市田村町金屋字川久保 8 8 番地 信越石英株式会社 郡山工場内  
 【氏名】 福永 泰司

【発明者】  
 【住所又は居所】 福島県郡山市田村町金屋字川久保 8 8 番地 信越石英株式会社 郡山工場内  
 【氏名】 鈴木 正則

【特許出願人】  
 【識別番号】 000190138  
 【氏名又は名称】 信越石英 株式会社  
 【代表者】 松▲ざき▼ 浩

【代理人】  
 【識別番号】 100101960  
 【弁理士】  
 【氏名又は名称】 服部 平八  
 【電話番号】 03-3357-2197

【手数料の表示】  
 【予納台帳番号】 027432  
 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】  
 【物件名】 明細書 1  
 【物件名】 図面 1  
 【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9703820

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 カーボン製の発熱体を装備する加熱炉を用いて、大型の石英ガラスシリンダー又は該石英ガラスシリンダー内にコアロッドを一体化させることなく挿入した母材を非接触で延伸する光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法において、前記大型の石英ガラスシリンダーの外径（D）と発熱体の内径（d）との比（ $d/D$ ）を 1.02～1.5 に設定し、かつ加熱炉の上部から不活性ガスを吹き込むことを特徴とする光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法。

【請求項 2】 大型の石英ガラスシリンダーの外径（D）と発熱体の内径（d）との比（ $d/D$ ）が 1.1～1.3 の範囲にあることを特徴とする請求項 1 記載の光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法。

【請求項 3】 加熱炉が抵抗炉又は誘導炉であることを特徴とする請求項 1 ないし 3 記載の光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、楕円度の小さい光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法、さらに詳しくは、楕円度の小さい光ファイバ用石英ガラス母材を生産性よく、かつ低コストで製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

近年、光通信の分野では大量の光ファイバが使用されるようになってきたが、さらに光ファイバの使用分野を拡大するにはその量産化、低コスト化が不可欠である。そのためには高精度の大型の光ファイバ用石英ガラス母材を作成し、例えばロッドインチューブ法等で大型の光ファイバ用プリフォームに形成し、延伸、線引きするのが最も簡便な方法である。従来、光ファイバ用石英ガラス母材の製造には大型のシリンダーを図 3 にみられるような延伸装置で溶融軟化し、チューブに延伸して製造されていたが、得られたチューブの楕円度が大きく高品位の光

ファイバを製造することができなかった。そこで、特許第 3 0 1 7 4 9 1 号公報では、加熱炉に装備する円筒状の発熱体の長さや内径と、石英ガラス母材の外径とを一定の係に維持し、非接触で延伸することで楕円度の小さいチューブを得ることを図った。しかし、前記特許公報記載の加熱炉にあっては、発熱体内に温度勾配が生じ上昇気流が発生し、加熱炉の下方領域が負圧となり、炉体の外部の空気が吸い込まれ、カーボン製発熱体の内壁が酸化腐食され、発熱体が激しく消耗される上に、腐食で発生したダストがシリンダーに付着し、その周方向の温度を部分的に不均一にし、シリンダーの軟化部の粘度に異常をもたらし、楕円度が大きなチューブを製造するにとどまった。そのため、前記加熱炉を、例えば特開 2 0 0 0 - 9 5 5 3 7 号公報等にみられるように、発熱体の上部から不活性ガスを吹き込み、加熱炉内の上昇気流の発生を抑え、空気の吸い込みや温度の不均一な部分の発生を防ぐ方式にすることが提案されたが、この加熱炉を用いて大型のシリンダーを延伸しても楕円度の小さい大型の光ファイバ用石英ガラス母材の作成が難しく、さらに石英ガラスシリンダーの外径に制限があり、高品位の光ファイバを低コストで製造することが困難であった。

## 【 0 0 0 3 】

## 【発明が解決しようとする課題】

こうした現状に鑑み、本発明者等は鋭意研究した結果、光ファイバ用石英ガラス母材の楕円度が加熱炉に吹き込まれる不活性ガスに大きく影響されることを見出し、さらに研究を続けたところ、大型の石英ガラスシリンダーの外径と加熱炉の発熱体の内径の比を特定の範囲にすることで、大型で楕円度の小さい光ファイバ用石英ガラス母材が製造できることを見出して、本発明を完成したものである。すなわち

## 【 0 0 0 4 】

本発明は、楕円度の小さい大型の光ファイバ用石英ガラス母材を低コストで製造する方法を提供することを目的とする。

## 【 0 0 0 5 】

## 【課題を解決するための手段】

上記目的を達成する本発明は、カーボン製の発熱体を装備する加熱炉を用いて

、大型の石英ガラスシリンダー又は該石英ガラスシリンダー内にコアロッドを一体化させることなく挿入した母材を非接触で延伸する光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法において、前記大型の石英ガラスシリンダーの外径（D）と発熱体の内径（d）との比（ $d/D$ ）を1.02～1.5に設定し、かつ加熱炉の上部から不活性ガスを吹き込むことを特徴とする光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法に係る。

## 【0006】

上記大型の石英ガラスシリンダーは、高純度の四塩化珪素を気化し、酸水素炎中で火炎加水分解し、生成したシリカガラス微粒子を基体の周囲に堆積させて多孔質スート体を作成したのち、電気炉内で1400～2000℃で透明ガラス化して石英ガラスインゴットに作成し、その外径を研削し、外径の円中心に合わせてコアドリル穴開け装置等で精度良く開孔し、さらに必要に応じて機械的研磨、フッ酸によるエッチング処理、純水による水洗処理等を行って製造される。そして、その外径は190mm以上とするのがよい。外径が190mm未満では、楕円度の大きい光ファイバ用石英ガラス母材が作成される。このように大型の石英ガラスシリンダーを用いることで大型で、楕円度の小さい光ファイバ用石英ガラス母材の作成が容易となり、高品位の光ファイバが生産性よく、かつ低コストで製造できる。前記光ファイバ用石英ガラス母材とは、光ファイバ用プリフォームの作成に用いるチューブや該石英ガラスチューブ内にコアロッドを一体化させることなく挿入した母材をいう。

## 【0007】

上記大型の石英ガラスシリンダー又は該石英ガラスシリンダー内にコアロッドを挿入した母材を溶融軟化する加熱炉としては、図1にみるように加熱炉の上部から不活性ガスを吹き込む形式の加熱炉がよい。この不活性ガスを吹き込むことで、加熱炉の下部に発生する負圧が解消し、炉外の空気の取込による発熱体の酸化腐食が低減でき、かつダストの発生に起因する石英ガラスシリンダーの周表面の不均一な温度差が起こることがない。特に縦型抵抗炉や誘導炉は大型の石英ガラスシリンダーの延伸が容易で好適に使用できる。前記抵抗炉とは、ヒーターと呼ばれる発熱体に電流を流して発熱させ加熱する炉であって、多くの場合は円筒

形状のヒーターが用いられる。また、誘導炉とは、ヒーターと呼ばれる発熱体の近傍で高周波電流等を流すことにより誘導電流を発生させてヒーターを発熱させる炉であって、多くの場合は円筒形状のヒーターが用いられる。使用する不活性ガスとしては、窒素ガス、アルゴンガス等が用いられる。

## 【 0 0 0 8 】

上記加熱炉を用いる大型の石英ガラスシリンダー又は該石英ガラスシリンダー内にコアロッドを挿入した母材の延伸において、加熱炉の発熱体の内径 ( $d$ ) と大型の石英ガラスシリンダー ( $D$ ) との比 ( $d/D$ ) を  $1.02 \sim 1.5$ 、好ましくは  $1.1 \sim 1.3$  の範囲に設定し、発熱体の内面と大型の石英ガラスシリンダーの外面とのクリアランスを  $15 \sim 25 \text{ mm}$  とするのがよい。前記  $d/D$  が  $1.02$  未満では、非接触加熱ができず、発熱体の不純物が、光ファイバ用石英ガラス母材内に浸入し、光ファイバを汚染することになる。また、 $d/D$  が  $1.5$  を超えると、不活性ガスに疎密が生じ、大型の石英ガラスシリンダー又は該石英ガラスシリンダー内にコアロッドを挿入した母材を不均一に加熱し楕円度が大きくなる。

## 【 0 0 0 9 】

上記延伸に当たっては、石英ガラスシリンダーの内部にも不活性ガスを流すのがよいが、その際の石英ガラスシリンダーの外径 ( $D$ ) と内径 ( $ID$ ) の比を  $D/ID = 2 \sim 5$  に、かつ光ファイバ用石英ガラス母材の外径 ( $D'$ ) と内径 ( $ID'$ ) の比を  $D'/ID' < 2 \sim 5$  とするのがよい。前記範囲を超えた延伸では楕円度の小さい光ファイバ用石英ガラス母材を作成することができない。

## 【 0 0 1 0 】

次に、本発明の製造方法の 1 態様として、縦型加熱炉を用いた光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法の概略断面図を図 1 に示す。図 1 において、1 は不活性ガス供給装置、2 は加熱炉、3 は発熱体、4 はシリンダー、5 はチューブ、 $d$  は加熱炉の内径、 $D$  は石英ガラスシリンダーの外径、 $ID$  は石英ガラスシリンダーの内径を示す。前記加熱炉を用いた延伸時に  $d/D$  を変えた時の楕円度の変化率を図 2 に示す。前記楕円度とは、光ファイバ用石英ガラス母材を円周方向に回転させ、その断面の外径を連続的に測定し、その最大値と最小値を求め、(最大値

—最小値)をOV (mm)とし、数式1で橢円度(%)を計算する。

【0011】

【数1】

$$\text{橢円度}(\%) = [\text{OV}(\text{mm}) / \text{光ファイバ用石英ガラス母材}(\text{mm})] \times 100$$

本発明の製造方法で製造するチューブの外径はまちまちであり、OVをそのまま比較することができないが、上記数式1を用いることで光ファイバ用石英ガラス母材の外径に関係なく橢円度を求めることができる。

【0012】

【発明の実施の形態】

次に本発明の実施例について述べるがこれによって本発明はなんら限定されるものではない。

【0013】

【実施例】

実施例1

気化した四塩化珪素を酸水素炎中で火炎加水分解するVAD法により作成した大型多孔質スート体を1600℃で透明ガラス化して石英ガラスインゴットを製造した。この円筒状石英ガラスインゴットの外径を研削し、次いでレーザ外径測定機で寸法測定を行い、外径の円中心を求め、この外径の円中心に合わせてコアドリル穴開け装置で開孔し、フッ酸によるエッチング処理、純水による水洗、及び乾燥を行って、長さ3500mm、外径(D)200mm、内径(ID)50mmの石英ガラスシリンダーを得た。

【0014】

上記石英ガラスシリンダーを図1に示す外径260mm、内径(d)240mm、長さ290mmのカーボン製発熱体を有する縦型抵抗加熱炉内にセットし、円筒状ヒーターの温度を2100℃に設定し、外径(D')90mmのチューブに延伸した。得られたチューブのOVは0.1mmであり、数1に従って、橢円度 $= (0.1 / 90) \times 100 = 0.11\%$ となる。この時の石英ガラスシリンダーの外径と加熱炉の内径との比 $d / D = 1.2$ 、石英ガラスシリンダーの外径



と発熱体の内径とのクリアランスは、20 mmであった。

【0015】

上記光ファイバ用チューブに、同じくVAD法で作成したクラッド付きのコアロッド（外径45 mm）を挿入し、ロッドインチューブ法で光ファイバ用プリフォームを製造し、125  $\mu$ mのシングルモード光ファイバに線引きしたところ、クラッド楕円度が0.80  $\mu$ mであった。前記クラッド楕円度とは、光ファイバの楕円度を表わす基準として慣用されており、クラッド楕円度1%以下がシングルモード光ファイバの規格品とされる。

【0016】

比較例 1

外径150 mm、内径50 mm、長さ3500 mmの石英ガラスシリンダーを用いて実施例1と同様の抵抗炉で外径が60 mmのチューブに延伸した。得られたチューブのOVは0.4 mmであり、楕円度 =  $(0.4 / 60) \times 100 = 0.67\%$ となる。その時の石英ガラスシリンダーの外径と加熱炉の内径との比  $d/D = 1.6$ 、クリアランスは45 mmであった。

【0017】

上記チューブを用いて、実施例1と同様にして光ファイバを作成したところ、クラッド楕円度は1.50  $\mu$ mと一般規格を充たすものではなかった。

【0018】

【発明の効果】

本発明の製造方法では、楕円度が小さく、かつ大型の光ファイバ用石英ガラス母材が低コストで製造でき、それを用いて光ファイバ用プリフォームを作成し、線引きすることで、クラッド楕円度の小さい高品質の光ファイバが生産性よく、かつ低コストで製造でき、その工業的価値が高いものがある。

【図面の簡単な説明】

【図1】

光ファイバ用石英ガラス母材を製造する縦型加熱炉の概略断面図である。

【図2】

加熱炉の内径と石英ガラスシリンダーの外径の比と楕円度との関係を示すグラ

フである。

【図 3】

従来の光ファイバ用石英ガラス母材を製造する縦型加熱炉の概略断面図である

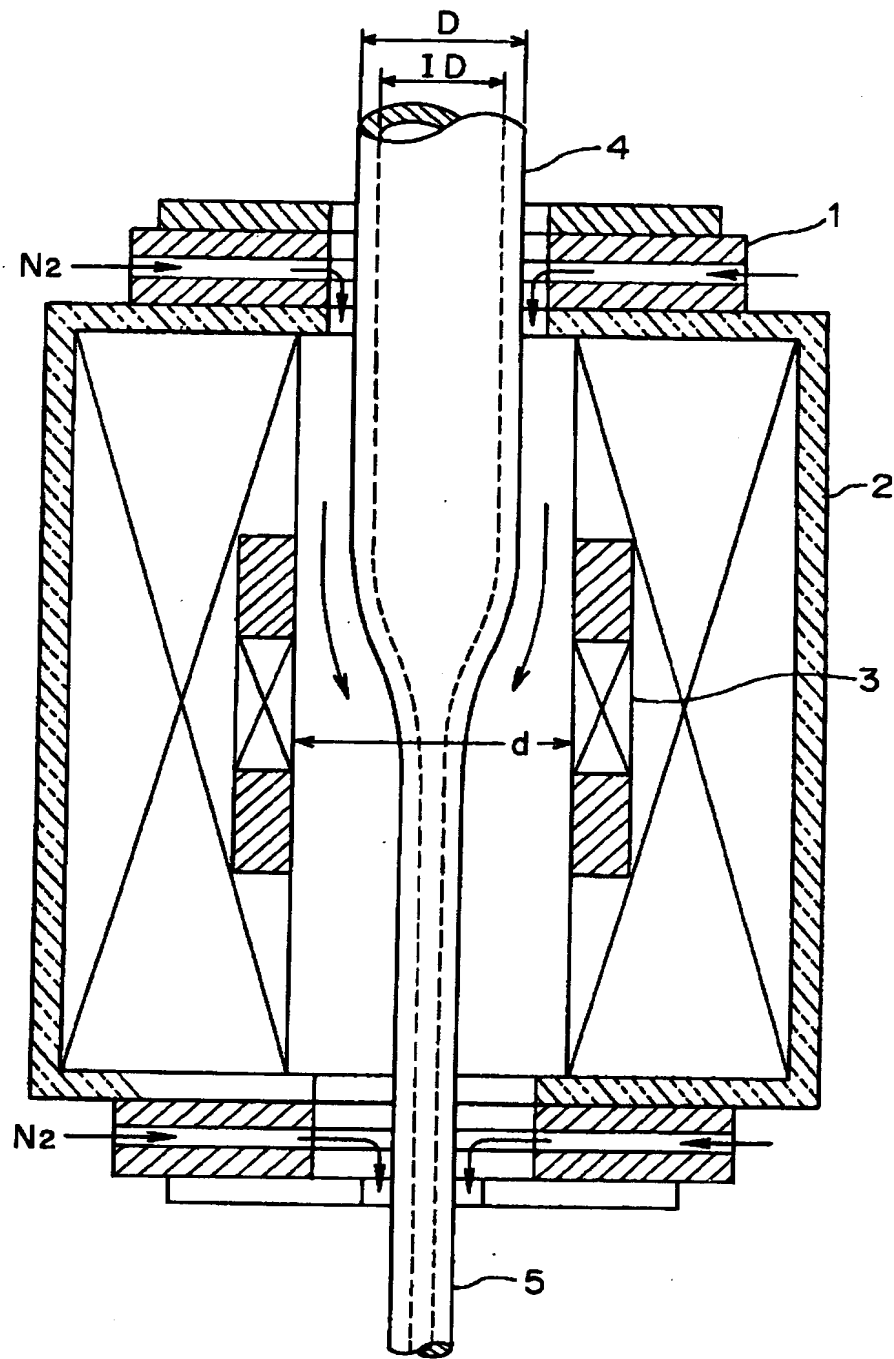
。

【符号の説明】

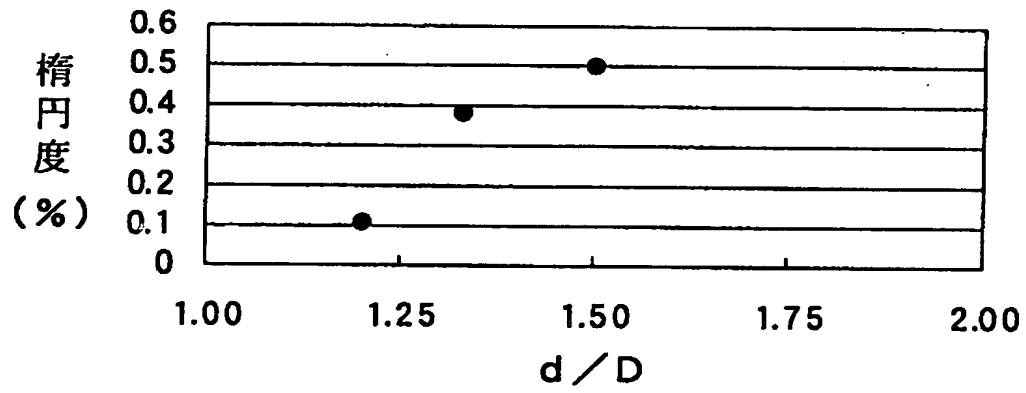
- 1   :   不活性ガス供給装置
- 2   :   加熱炉
- 3   :   発熱体
- 4   :   石英ガラスシリンダー
- 5   :   石英ガラスチューブ
- D   :   石英ガラスシリンダーの外径
- I D :   石英ガラスシリンダーの内径
- d   :   加熱炉の内径

【書類名】 図面

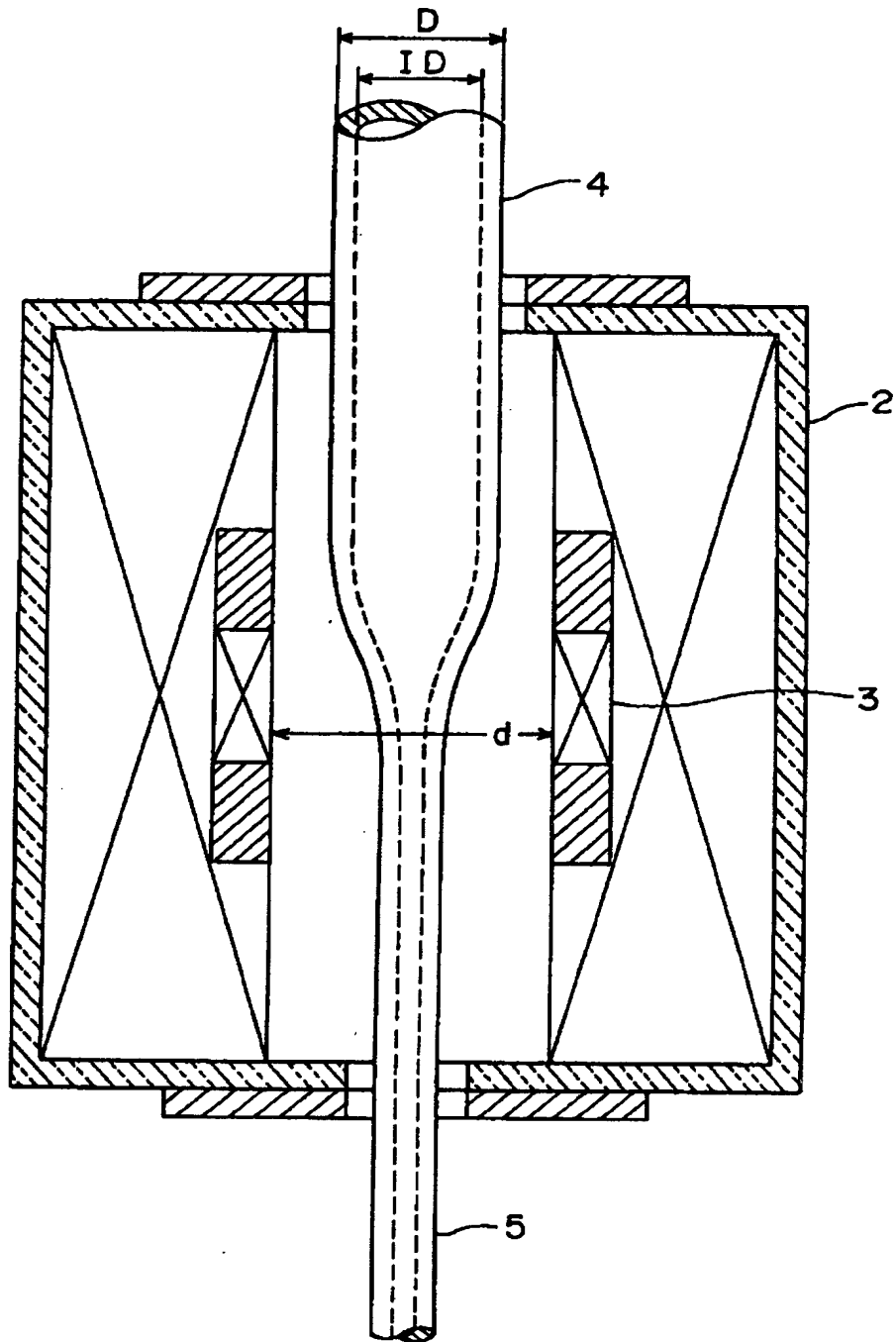
【図 1】



【 図 2 】



【図 3】



【書類名】                      要約書

【要約】

【目的】 楕円度が小さく、大型の光ファイバ用石英ガラス母材を低コストで製造する方法を提供すること。

【解決手段】 カーボン製の発熱体を装備する加熱炉を用いて、大型の石英ガラスシリンダー又は該石英ガラスシリンダー内にコアロッドを一体化させることなく挿入した母材を非接触で延伸する光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法において、前記大型の石英ガラスシリンダーの外径（D）と発熱体の内径（d）との比（ $d/D$ ）を 1.02～1.5 に設定し、かつ加熱炉の上部から不活性ガスを吹き込むことを特徴とする光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法。

【選択図】                      図 1

認定・付加情報

|         |               |
|---------|---------------|
| 特許出願の番号 | 特願2001-025163 |
| 受付番号    | 50100140244   |
| 書類名     | 特許願           |
| 担当官     | 第五担当上席 0094   |
| 作成日     | 平成13年 2月 2日   |

<認定情報・付加情報>

|       |             |
|-------|-------------|
| 【提出日】 | 平成13年 2月 1日 |
|-------|-------------|

【書類名】 手続補正書

【整理番号】 PH0171

【あて先】 特許庁長官 殿

【事件の表示】

【出願番号】 特願2001- 25163

【補正をする者】

【識別番号】 000190138

【氏名又は名称】 信越石英株式会社

【代理人】

【識別番号】 100101960

【住所又は居所】 東京都新宿区四谷4丁目9番地

【氏名又は名称】 服部 平八

【手続補正 1】

【補正対象書類名】 特許願

【補正対象項目名】 提出物件の目録

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9911965

【その他】 本特許出願人の包括委任状番号は平成11年11月4日付けの包括委任番号通知で9911965に変更になったところ、錯誤により旧包括委任番号である9703820に誤記しました。

【ブルーフの要否】 要



認定・付加情報

|         |               |
|---------|---------------|
| 特許出願の番号 | 特願2001-025163 |
| 受付番号    | 50100301581   |
| 書類名     | 手続補正書         |
| 担当官     | 寺内 文男 7068    |
| 作成日     | 平成13年 3月 9日   |

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成13年 3月 5日

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 1 9 0 1 3 8 ]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 8 日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都新宿区西新宿 1 丁目 2 2 番 2 号

氏 名 信越石英株式会社